

Atty. Dkt. No. 035532-0138

***IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE***

Applicant: Masatomo SHIBATA  
Title: III-V GROUP NITRIDE SYSTEM SEMICONDUCTOR SUBSTRATE  
Appl. No.: 10/752,092  
Filing Date: 01/07/2004  
Examiner: Unassigned  
Art Unit: 2811

**CLAIM FOR CONVENTION PRIORITY**

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application filed in the following foreign country is hereby requested, and the right of priority provided in 35 U.S.C. § 119 is hereby claimed.

In support of this claim, filed herewith is a certified copy of said original foreign application:

- JAPAN Patent Application No. 2003-368828 filed 10/29/2003.

Respectfully submitted,

Date June 7, 2004

FOLEY & LARDNER LLP  
Customer Number: 22428  
Telephone: (202) 672-5426  
Facsimile: (202) 672-5399

By

Glenn Law  
Attorney for Applicant  
Registration No. 34,371

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日                      2003年10月29日  
Date of Application:

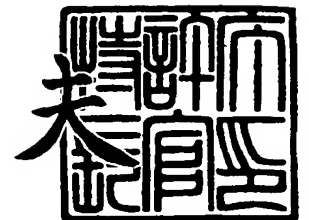
出願番号                      特願2003-368828  
Application Number:  
[ST. 10/C]:                      [JP2003-368828]

出願人                      日立電線株式会社  
Applicant(s):

2004年 1月23日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井 康



【書類名】 特許願  
【整理番号】 38669  
【提出日】 平成15年10月29日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 C30B 29/38  
H01L 21/20  
H01L 33/00

【発明者】  
【住所又は居所】 東京都千代田区大手町一丁目 6 番 1 号 日立電線株式会社内  
【氏名】 柴田 真佐知

【特許出願人】  
【識別番号】 000005120  
【氏名又は名称】 日立電線株式会社  
【代表者】 佐藤 教郎

【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 002381  
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】  
【物件名】 特許請求の範囲 1  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

III-V族窒化物系単結晶からなり、平坦な表面を有するIII-V族窒化物系半導体基板であって、基板面内の任意の複数点で測定した基板表面に最も近い低指数面と基板表面がなす角度の平均値 $\theta$  (deg) と、その $\theta$ に対する前記測定した角度のばらつきの範囲 $\pm \alpha$  (deg) が、 $\theta > \alpha$  の関係を満たしていること特徴とするIII-V族窒化物系半導体基板。

**【請求項 2】**

III-V族窒化物系単結晶からなり、平坦な表面を有するIII-V族窒化物系半導体基板であって、基板面内の任意の点において基板表面に最も近い低指数面が、基板表面に対して傾いており、且つその傾き角度が基板面内でばらつきを有する基板において、基板面内の任意の点における前記傾きの方向が、すべてほぼ一定の方向となっていることを特徴とするIII-V族窒化物系半導体基板。

**【請求項 3】**

III-V族窒化物系単結晶からなり、平坦な表面を有するIII-V族窒化物系半導体基板であって、基板面内の任意の点において基板表面に最も近い低指数面の法線ベクトルが、基板表面の法線に対して傾いている基板において、基板面内の任意の点における前記法線ベクトルを基板表面に投影したベクトルの方向の分布の範囲が、180度未満であることを特徴とするIII-V族窒化物系半導体基板。

**【請求項 4】**

III-V族窒化物系単結晶からなり、平坦な表面を有するIII-V族窒化物系半導体基板であって、基板面内の任意の複数点で測定した基板表面に最も近い低指数面と基板表面がなす角度の平均値 $\theta$  (deg) と、その $\theta$ に対する前記測定した角度のばらつきの範囲 $\pm \alpha$  (deg) が、 $\theta > \alpha$  の関係を満たしており、且つ前記基板表面に対する前記各々の低指数面の傾きの方向が、すべてほぼ一定の方向を向いていることを特徴とするIII-V族窒化物系半導体基板。

**【請求項 5】**

III-V族窒化物系単結晶からなり、平坦な表面を有するIII-V族窒化物系半導体基板であって、基板面内の任意の複数点で測定した基板表面に最も近い低指数面と基板表面がなす角度の平均値 $\theta$  (deg) と、その $\theta$ に対する前記測定した角度のばらつきの範囲 $\pm \alpha$  (deg) が、 $\theta > \alpha$  の関係を満たしており、且つ前記基板面内の任意の複数点における前記基板表面に最も近い低指数面の法線ベクトルを基板表面に投影したベクトルの方向の分布の範囲が、180度未満であることを特徴とするIII-V族窒化物系半導体基板。

**【請求項 6】**

異種基板上に前記III-V族窒化物系半導体結晶がヘテロエピタキシャル成長されたものであることを特徴とする請求項 1～5 いずれかに記載のIII-V族窒化物系半導体基板。

**【請求項 7】**

III-V族窒化物系単結晶だけからなる自立した基板であることを特徴とする請求項 1～5 いずれかに記載のIII-V族窒化物系半導体基板。

**【請求項 8】**

前記III-V族窒化物系単結晶は、六方晶系であることを特徴とする請求項 1～7 いずれかに記載のIII-V族窒化物系半導体基板。

**【請求項 9】**

前記III-V族窒化物系単結晶は、六方晶系であり、且つ基板表面に最も近い低指数面がC面であることを特徴とする請求項 1～7 いずれかに記載のIII-V族窒化物系半導体基板。

**【請求項 10】**

前記III-V族窒化物系単結晶は、六方晶系であり、且つ、基板表面に最も近い低指数面がA面又はM面又はR面のいずれかであることを特徴とする請求項 1～7 いずれかに記載のIII-V族窒化物系半導体基板。

**【請求項 11】**

前記基板表面は、鏡面研磨加工が施されていることを特徴とする請求項 1～10 いずれかに記載の III-V 族窒化物系半導体基板。

【請求項 12】

前記  $\theta$  は、10 (deg) 以内であることを特徴とする請求項 1、4、5 いずれかに記載の I II-V 族窒化物系半導体基板。

【請求項 13】

前記  $\alpha$  は、1.0 (deg) 以下であることを特徴とする請求項 1、4、5 いずれかに記載の III-V 族窒化物系半導体基板。

【請求項 14】

前記  $\theta$  は、10 (deg) 以内であり、且つ前記  $\alpha$  は、1.0 (deg) 以下であることを特徴とする請求項 1、4、5 いずれかに記載の III-V 族窒化物系半導体基板。

【請求項 15】

前記基板面内の任意の点における前記基板表面に最も近い低指数面が C 面であり、且つ前記基板表面に対する当該低指数面の傾きの方向は、A 軸方向であることを特徴とする請求項 1～9、11～14 いずれかに記載の III-V 族窒化物系半導体基板。

【請求項 16】

前記基板面内の任意の点における前記基板表面に最も近い低指数面が C 面であり、且つ前記基板表面に対する当該低指数面の傾きの方向は、M 軸方向であることを特徴とする請求項 1～9、11～14 いずれかに記載の III-V 族窒化物系半導体基板。

【書類名】 明細書

【発明の名称】 III-V 族窒化物系半導体基板

【技術分野】

【0001】

本発明は、III-V 族窒化物系半導体基板に関するものである。

【背景技術】

【0002】

窒化ガリウム (GaN)、窒化インジウムガリウム (InGaN)、窒化ガリウムアルミニウム (GaAlN) 等の窒化物系半導体材料は、禁制帯幅が充分大きく、バンド間遷移も直接遷移型であるため、短波長発光素子への適用が盛んに検討されている。また、電子の飽和ドリフト速度が大きいこと、ヘテロ接合による 2 次元キャリアガスの利用が可能なこと等から、電子素子への応用も期待されている。

【0003】

既に世の中に広く普及しているシリコン (Si) や砒化ガリウム (GaAs) 等は、それぞれ Si 基板、GaAs 基板といった同種の材料からなる基板の上に、デバイスを作るためのエピタキシャル成長層を、ホモエピタキシャル成長させて使用されている。同種基板上のホモエピタキシャル成長では、成長の初期からステップフローモードで結晶成長が進行するため、結晶欠陥の発生が少なく、平坦なエピタキシャル成長表面が得られやすい。GaAs 基板上に格子定数の近い AlGaInP などの混晶層を成長させる場合は、エピ層の表面モフォロジが荒れやすくなる傾向が見られるが、下地基板の面方位を基準となる低指数面から、特定方向に故意に傾ける—これを一般にオフを付けると称する—ことで、結晶欠陥の発生が少なく、平坦なエピタキシャル成長表面を得ることができている。

【0004】

一方、窒化物系半導体は、バルク結晶成長が難しく、最近ようやく実用に耐えるレベルの GaN 自立基板が開発され、使われ始めた段階にある。現在、広く実用化されている GaN 成長用の基板はサファイアであり、単結晶サファイア基板の上に有機金属気相成長法 (MOVPE 法) や分子線気相成長法 (MBE)、ハイドライド気相成長法 (HVPE) 等の気相成長法で、いったん GaN をヘテロエピタキシャル成長させ、その上に連続で、あるいは別の成長炉でデバイスを作るための窒化物系半導体エピ層を成長させる方法が一般に用いられている。

【0005】

サファイア基板は、GaN と格子定数が異なるため、サファイア基板上に直接 GaN を成長させたのでは単結晶膜を成長させることができない。このため、サファイア基板上に一旦 500℃ 程度の低温で AlN や GaN のバッファ層を成長させ、この低温成長バッファ層で格子の歪みを緩和させてからその上に GaN を成長させる方法が考案された (例えば、特許文献 1 参照。)。この低温成長窒化物層をバッファ層として用いることで、GaN の単結晶エピタキシャル成長は可能になった。しかし、この方法でも、やはり基板と結晶の格子のずれは如何ともし難しく、成長の開始当初は前述のステップフローモードではなく、3 次元島状成長モードで結晶成長が進行する。このため、こうして得られた GaN は、 $10^9 \sim 10^{10} \text{ cm}^{-2}$  もの転位密度を有している。この欠陥は、GaN 系デバイス特に LD や紫外発光 LED を製作する上で障害となる。

【0006】

近年、サファイアと GaN の格子定数差に起因して発生する欠陥の密度を低減する方法として、ELO (例えば、非特許文献 1 参照。) や、FIELO (例えば、非特許文献 2 参照。)、ペンデオエピタキシー (例えば、非特許文献 3 参照。) といった成長技術が報告された。これらの成長技術は、サファイア等の基板上に成長させた GaN 上に、 $\text{SiO}_2$  等でパターンニングされたマスクを形成し、マスクの窓部からさらに GaN 結晶を選択的に成長させて、マスク上を GaN がラテラル成長で覆うようにすることで、下地結晶からの転位の伝播を防ぐものである。これらの成長技術の開発により、GaN 中の転位密度は  $10^7 \text{ cm}^{-2}$  台程度にまで、飛躍的に低減させることができるようになった。例えば、特許

文献2には、この技術の一例が開示されている。

【0007】

更に、サファイア基板等の異種基板上に、転位密度を低減したGaN層を厚くエピ成長させ、成長後に下地から剥離して、GaN層を自立したGaN基板として用いる方法が特許文献3の他、いろいろ提案されている。例えば、特許文献4では、前述のELO技術を用いてサファイア基板上にGaN層を形成した後、サファイア基板をエッチング等により除去し、GaN自立基板を得ることが提案されている。また、VAS (Void-Assisted Separation: 例えば、非特許文献4、特許文献5参照。) や、DEEP (Dislocation Elimination by the Epi-growth With inverted-Pyramidal pits: 例えば、非特許文献5、特許文献6参照。) などが公開されている。VASは、サファイア等の基板上で、網目構造のTiN薄膜を介してGaNを成長することで、下地基板とGaN層の界面にボイドを形成し、GaN基板の剥離と低転位化を同時に可能にしたものである。また、DEEPは、エッチング等で除去が可能なGaAs基板上にパターンニングしたSiN等のマスクを用いてGaNを成長させ、結晶表面に故意にファセット面で囲まれたピットを複数形成し、前記ピットの底部に転位を集積させることで、その他の領域を低転位化するものである。

【特許文献1】特開平4-297023号公報

【特許文献2】特開平10-312971号公報

【特許文献3】特開2000-22212号公報

【特許文献4】特開平11-251253号公報

【特許文献5】特開2003-178984号公報

【特許文献6】特開2003-165799号公報

【非特許文献1】Appl. Phys. Lett. 71(18)2638(1997)

【非特許文献2】Jpn. J. Appl. Phys. 38, L184(1999)

【非特許文献3】MRS Internet J. Nitride Semicond. Res. 4S1, G3.38(1999)

【非特許文献4】Y. Oshima et. al., Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 42(2003) pp. L1-L3

【非特許文献5】K. Motoki et. al., Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 40(2001) pp. L140-L143

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

しかしながら、このような方法で作製したGaN基板には解決すべき課題が残されていた。

【0009】

上述のように、デバイスを作製するためのGaNのエピは、一度は格子定数の大きく異なるサファイアやGaAsといった異種基板上にヘテロエピタキシャル成長させられる。これは、GaNのテンプレートを用いる場合も、自立基板を用いる場合も同じである。

【0010】

格子定数の大きく異なる基板上にGaNを成長すると、始めにGaNは小さな核を多数発生させ、それが大きく成長するにつれて隣接する結晶核と会合し、やがて連続膜となる、いわゆる3次元島状成長モードで結晶成長が進行する。個々の結晶核の成長方位がぴったり揃っており、また核と核の間隔がGaNの格子定数の整数倍にきっちりと合っていれば問題はないが、一般には、結晶核が下地基板の面に対して傾いたり (tilt) 捩れたり (twist) する現象が現れ、核と核の会合した界面に、転位等の結晶欠陥を発生させながら、むりやり平坦化していくという経過をたどる。このため、得られたGaN成長層は、見た目には均質な結晶のようでも、実際はいくつもの柱状の結晶粒 (グレイン) の集合体からなっており、グレインの境界には、多数の欠陥を内在していることになる。SiやGaAsでは、無転位あるいは  $1 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$  程度以下の転位密度で単結晶基板が容易に得られているのに対し、GaNでは、 $10^5 \sim 10^9 \text{ cm}^{-2}$  もの転位を有する基板しか得られていないのは、このためである。従って、GaNにおいては、個々のグレインの結晶方位は、おおまかには揃っているものの、かなりのばらつきを有している。前述のELOのような手法を用いれば、結晶成長初期の核発生数を大幅に少なくすることはできるが、

選択成長のためのマスクがある領域と無い領域との差に起因して、成長する GaN 中に歪が発生し、結晶の軸が傾き、やはり得られた GaN 結晶は、グレインの結晶方位がばらついている。

#### 【0011】

この状態を、模式図を使って説明する。

#### 【0012】

図5は、結晶方位のばらつきが無い、理想的な状態の基板5の、結晶軸の傾きの様子を、基板5の断面図を用いて模式的に示したものである。図中の矢印6は、結晶軸の傾きの方向と大きさを表すベクトルである。1つの矢印を内包するセルは、1つのグレイン7に対応する。表面がC面となっている基板5においては、矢印6はC軸の傾きの方向とその度合いを示すことになる。図5のように、基板面内で結晶軸の傾きがまったく無い場合は、実際にはグレイン7とグレイン7の境界も存在しないことになる。Siの基板などは、このような構造になっていると考えられる。

#### 【0013】

図6は、基板8にオフを付けた理想的な状態の基板8の断面図を用いて模式的に示したものである。矢印9は、各グレイン10の結晶軸の傾きの方向と大きさを表している。

#### 【0014】

図7は、同じくオフを付けた理想的な状態の基板8の結晶軸の傾きの面内分布を表すために、上記矢印9を基板8の表面側から見て模式的に示したものである。11は、結晶軸の傾きの方向を表す矢印である。結晶軸が揃ったインゴットがあれば、それを斜めに切断、研磨することにより、図6、図7に示すような結晶軸の分布を持つ基板は容易に作製できる。GaAsやサファイアなどの基板で良く用いられているオフ基板は、このような結晶軸の分布になっていると考えられる。

#### 【0015】

図8は、従来技術のGaN基板の結晶軸の傾きの様子を、基板12の断面図を用いて模式的に示したものである。図中の矢印13は、結晶軸の傾きの方向と大きさを表すベクトルである。

#### 【0016】

図9は、同じ基板12の表面で結晶軸の傾きの分布を模式的に表したものである。15は、結晶軸の傾きの方向を表す矢印である。前述した通り、窒化物系の結晶成長では、ヘテロエピタキシャル成長を余儀なくされていることによる3次元島状成長に起因して、結晶基板内には多数のグレイン14が存在しており、これらのグレイン14は、ほぼ等しい結晶軸に沿って並んでいて、基板全体としては単結晶と呼べる程度になっているものの、個々のグレイン14の結晶軸はtiltやtwistにより傾いていて、基板面内で結晶軸はばらつきを有している。特に、オフを付けていない基板12においては、結晶軸の傾きの影響でグレイン14の軸の傾きの方向がばらばらになってしまう。

#### 【0017】

このように、基板の面内で結晶軸の傾きの方向と大きさにばらつきが生じていると、その基板上にGaNをエピタキシャル成長させた場合、ホモエピタキシャル成長であるにもかかわらず、平坦なエピ表面が得られなくなるという問題がある。

#### 【0018】

一般的に結晶成長速度は、結晶の方位に対して異方性を有しているため、基板表面で結晶軸の傾き方向が違っていたり、傾きの大きさが大きくばらついていると、基板面内でも場所によって結晶成長速度に差ができてしまい、均一な厚さの膜が成長できなくなる。また、局所的にステップバンチングが生じて、エピの表面モフォロジを荒らす原因になってしまう。これは、従来のSiやGaAsといった半導体材料では見られなかった、窒化物系半導体材料に特有の問題である。

#### 【0019】

上記のエピ表面のモフォロジの荒れは、エピ層の厚さが厚くなるほど増幅されて顕著に見られるようになる。従って、サファイア基板上に薄いGaN層を一層付けただけの段階



では、モフォロジの荒れは軽微であっても、これをテンプレートに用いて更にエピ層を積層していくと、表面荒れが増幅されてデバイス製造プロセスの歩留まりを悪化させたり、デバイスそのものの特性を悪化させる原因になる。また、Ga N 自立基板の場合は、異種基板上に厚く Ga N 層を成長させた時点で、前記の理由により、通常その表面は大きなうねりやヒロック等の凹凸を有している。これを、Ga N 基板として用いる際には、表面を研磨で鏡面に加工してしまうため、形状的には十分に平坦な表面となっているように見える。しかし、結晶そのものは、表面の研磨加工をするしないにかかわらず、前述の *t i l t*、*t w i s t* を有するグレインからなっているため、研磨加工された表面に更に Ga N 層をエピタキシャル成長すると、やはり下地のグレインの影響で、表面モフォロジに荒れを生じる結果となってしまう。

#### 【0020】

従来にも、Ga N 単結晶基板の面方位のばらつきを規定する考え方はあった。例えば、特許文献3には、Ga N 基板の面方位の傾き、ばらつきを規定した基板が公開されているが、従来の発明は基板の反りの影響を無くすために考えられたもので、本発明とは面方位の傾き、ばらつきの定義の仕方が異なっている。従って、従来の方法に傾きの方向を面内で揃えなければならないという発想はなく、前記した問題の解決策を与えるには至っていなかった。（このことは、特許文献3の図15から明らかである。）

#### 【0021】

本発明は、上記事情に鑑みなされたものであって、その目的とするところは、III-V 族窒化物系半導体基板に特有のグレインの *t i l t*、*t w i s t* が基板内に存在し、基板表面において結晶軸の傾きにばらつきが生じていることを前提とした上で、その基板上に窒化物系結晶層をエピタキシャル成長させた際に、デバイス作成上問題となるようなヒロックやテラスなどの表面荒れを抑えられる、十分に実用に足るエピタキシャル成長が可能なIII-V 族窒化物系半導体基板を提供することにある。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0022】

本発明は、III-V 族窒化物系単結晶からなり、平坦な表面を有するIII-V 族窒化物系半導体基板であって、基板面内の任意の複数点で測定した基板表面に最も近い低指数面と基板表面がなす角度の平均値  $\theta$  (deg) と、その  $\theta$  に対する前記測定した角度のばらつきの範囲  $\pm \alpha$  (deg) が、 $\theta > \alpha$  の関係を満たしていること特徴とするIII-V 族窒化物系半導体基板である。

#### 【0023】

また、本発明は、III-V 族窒化物系単結晶からなり、平坦な表面を有するIII-V 族窒化物系半導体基板であって、基板面内の任意の点において基板表面に最も近い低指数面が、基板表面に対して傾いており、且つその傾き角度が基板面内でばらつきを有する基板において、基板面内の任意の点における前記傾きの方向が、すべてほぼ一定の方向となっていることを特徴とするIII-V 族窒化物系半導体基板である。

#### 【0024】

また、本発明は、III-V 族窒化物系単結晶からなり、平坦な表面を有するIII-V 族窒化物系半導体基板であって、基板面内の任意の点において基板表面に最も近い低指数面の法線ベクトルが、基板表面の法線に対して傾いている基板において、基板面内の任意の点における前記法線ベクトルを基板表面に投影したベクトルの方向の分布の範囲が、180度未満であることを特徴とするIII-V 族窒化物系半導体基板である。

#### 【0025】

また、本発明は、III-V 族窒化物系単結晶からなり、平坦な表面を有するIII-V 族窒化物系半導体基板であって、基板面内の任意の複数点で測定した基板表面に最も近い低指数面と基板表面がなす角度の平均値  $\theta$  (deg) と、その  $\theta$  に対する前記測定した角度のばらつきの範囲  $\pm \alpha$  (deg) が、 $\theta > \alpha$  の関係を満たしており、且つ前記基板表面に対する前記各々の低指数面の傾きの方向が、すべてほぼ一定の方向を向いていることを特徴とするIII-V 族窒化物系半導体基板である。

## 【0026】

また、本発明は、III-V族窒化物系単結晶からなり、平坦な表面を有するIII-V族窒化物系半導体基板であって、基板面内の任意の複数点で測定した基板表面に最も近い低指数面と基板表面がなす角度の平均値 $\theta$  (deg) と、その $\theta$ に対する前記測定した角度のばらつきの範囲 $\pm\alpha$  (deg) が、 $\theta > \alpha$  の関係を満たしており、且つ前記基板面内の任意の複数点における前記基板表面に最も近い低指数面の法線ベクトルを基板表面に投影したベクトルの方向の分布の範囲が、180度未満であることを特徴とするIII-V族窒化物系半導体基板である。

## 【0027】

前記III-V族窒化物系半導体基板は、異種基板上に前記III-V族窒化物系単結晶がヘテロエピタキシャル成長されたものであってもよく、また、III-V族窒化物系単結晶だけからなる自立した基板であってもよい。

## 【0028】

前記III-V族窒化物系単結晶は、六方晶系であることが好ましい。基板表面に最も近い低指数面はC面であるのがよい。また、基板表面に最も近い低指数面をA面又はM面又はR面のいずれかにしてもよい。

## 【0029】

前記基板表面は、鏡面研磨加工が施されていてもよい。

## 【0030】

前記 $\theta$ は、10 (deg) 以内であるのが好ましく、前記 $\alpha$ は、1.0 (deg) 以下であるのが好ましい。

## 【0031】

前記基板面内の任意の点における前記基板表面に最も近い低指数面をC面とし、且つ前記基板表面に対する当該低指数面の傾きの方向を、A軸方向としてもよい。

## 【0032】

前記基板面内の任意の点における前記基板表面に最も近い低指数面をC面とし、且つ前記基板表面に対する当該低指数面の傾きの方向を、M軸方向としてもよい。

## 【発明の効果】

## 【0033】

本発明によれば、III-V族窒化物系半導体基板に固有の問題である、結晶軸の傾きのばらつきが存在しているような基板であっても、当該基板上に窒化物系結晶層をエピタキシャル成長させた際に、デバイス作成上問題となるようなヒロックやテラスなどの表面荒れを抑えられるIII-V族窒化物系半導体基板を提供することができる。

## 【0034】

その結果、本発明のIII-V族窒化物系半導体基板を用いることで、設計通りの特性を有する発光素子や電子素子を製造することが可能となる。また、エピタキシャル成長工程、デバイスプロセス工程の両工程において、製造歩留まりを高めることが可能となる。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0035】

発明者らは、III-V族窒化物系半導体基板を構成するグレインの結晶軸の傾きの大きさと方向のばらつきを調べ、その基板上に成長したエピタキシャル層の表面モフォロジとの関係を明らかにした。その結果、グレインの結晶軸の傾きの大きさの平均値を $\theta$  (deg) (基板面内の任意の複数点で測定した基板表面に最も近い低指数面と基板表面がなす角度の平均値も $\theta$  (deg) となる。)、その $\theta$ に対する傾きのばらつきの範囲を $\pm\alpha$  (deg) で表したとき、デバイス作製に必要なエピの表面平坦性を得るためには、 $\theta > \alpha$  の関係が必要であることを見出した。また、結晶軸の傾きの方向が、すべてほぼ一定の方向となっていることが大切であることを見出した。ほぼ一定の方向とは、180 (deg) 以上基板表面に投影したベクトルの方向が異なる結晶軸の傾きを持ったグレインが面内で存在していない状態を指している。 $\theta > \alpha$  の関係が逆転すると、即ち $\theta \leq \alpha$  となると、結晶軸の傾きの方向を示すベクトルを基板表面に投影したベクトルの向きが、基板面内で逆向きに関

係となるようなグレインが現れてしまい、エピタキシャル成長層に表面荒れを生じさせる原因となる。 $\theta < 90$  (deg) の範囲で、 $\theta > \alpha$  の関係が満たされていれば、結晶軸の傾きの方向を示すベクトルを基板表面に投影したベクトルの向きが、基板面内で逆向きの関係となることはない。

【0036】

また、上記  $\theta$  の値は、 $10$  (deg) 以下であることが望ましい。 $\theta$  の値が、 $10$  (deg) を超えると、エピタキシャル表面にヒロックが出やすくなる傾向が出るためである。

【0037】

また、上記  $\alpha$  の値は、 $1.0$  (deg) 以下であることが望ましい。 $\alpha$  の値が、 $\pm 1.0$  (deg) を超えると、たとえ結晶軸の傾きの方向が、すべてほぼ一定の方向とに揃っていても、エピタキシャル表面に微傾斜面が出やすくなってしまうためである。

【0038】

上記  $\theta$ 、 $\alpha$  の値は、理想的な完全結晶においてはどちらもゼロとなるべきものであるから、最適な下限値は存在しない。

【0039】

本発明にかかる III-V 族窒化物系半導体基板は、デバイス作製の容易さの観点から、六方晶系の C 面、特に化学的、機械的、熱的に安定な III 族面を表面に持つ基板であることが望ましいが、表面は C 面以外の面、例えば A 面や R 面であっても構わない。また、立方晶系の結晶であっても良い。

【0040】

本発明にかかる III-V 族窒化物系半導体基板は、表面が窒化物系半導体結晶からなる基板であれば、異種基板上に窒化物系半導体結晶をエピタキシャル成長させた、いわゆるテンプレートであっても、また、窒化物系半導体結晶だけからなる自立した基板であっても構わない。

【0041】

本発明における「自立した」基板とは、自らの形状を保持でき、ハンドリングに不都合が生じない程度の強度を有する基板をいう。このような強度を具備するために、自立基板の厚みは、好ましくは  $200\ \mu\text{m}$  以上が良い。

【0042】

本発明における III-V 族窒化物系半導体とは、 $\text{In}_x\text{Ga}_y\text{Al}_{1-x-y}\text{N}$  ( $0 \leq x \leq 1$ 、 $0 \leq y \leq 1$ 、 $0 \leq x + y \leq 1$ ) で表される半導体が挙げられる。このうち、GaN、AlGaN 等の半導体が好ましく用いられる。強度、製造安定性等、基板材料に求められる特性を満足するからである。

【0043】

基板面内の結晶軸の傾きは、X線回折測定により求めた値を用いて評価することができる。

【0044】

本発明の GaN 系基板を成長する手段は、テンプレートであれば MOVPE (有機金属気相成長) 法か MBE (分子線成長) 法、自立基板であれば HVPE (ハイドライド気相成長) 法であることが望ましい。自立基板に HVPE 法を用いるのは、結晶成長速度が速く、基板の作製に適するからである。

【0045】

本発明の GaN 系自立基板は、その表面が鏡面に研磨加工されていることが望ましい。一般に、アズグロウンの GaN 系エピ表面には、ヒロック等の大きな凹凸や、ステップバンチングによって現れると思われる微少な凹凸が多数存在している。これらは、その上にエピを成長させたときのモフォロジや、膜厚、組成等を不均一にする要因となるばかりでなく、デバイス作製プロセスにおいても、フォトリソグラフィ工程の加工精度を落とすという問題がある。従って、基板表面は平坦な鏡面であることが望ましい。

【0046】

本発明の GaN 系自立基板は、その裏面も平坦に研磨加工されていることが望ましい。

一般に、GaN系の自立基板は、異種の下地基板にヘテロエピ成長させたものを何らかの手法で剥離させて得られていることが多い、このため、剥離したままの基板の裏面は、梨地状に荒れていたり、下地基板の一部が付着していることが多い。また、基板の反りに起因して、平坦でない場合もある。これらは、基板上にエピを成長させる際に、基板の温度分布の不均一を生じる原因となり、その結果、エピの均一性を悪化させたり、再現性を悪くしてしまう。

#### 【実施例 1】

##### 【0047】

φ2インチ径のサファイアC面基板上に、MOVPE法で、20nmの低温成長GaNバッファ層を介してSiドープGaN層を4μm成長させ、GaNテンプレートを作成した。成長圧力は常圧、バッファ層成長時の基板温度は600℃、エピ層成長時の基板温度は1100℃とした。原料は、III族原料としてTMGを、V族原料としてNH<sub>3</sub>を、ドーパントとしてモノシランを用いた。キャリアガスは、水素と窒素の混合ガスである。結晶の成長速度は4μm/hであった。エピ層のキャリア濃度は、 $2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ とした。

##### 【0048】

上記GaNテンプレートを、複数枚作製し、すべてのGaNテンプレートに対して、面内でGaNテンプレート表面に位置するGaN単結晶（前記SiドープGaN層）のC軸の傾きを測定した。測定は、資料を回転させて測定したX線回折ピークのピーク位置のシフト量と基板のオリエンテーションフラット（OF）との位置関係からC軸の傾きの大きさと方向を求めるやり方である。測定は、GaNテンプレートの中央を基点にOFに平行な方向及び垂直な方向で7mm間隔に、合計25点を測定し、25点で測定されたC軸の傾きのベクトル平均を求め、その平均角度を $\theta$ （deg）、 $\theta$ から最も大きくずれていた点での傾きの測定値と $\theta$ との差を $\alpha$ （deg）とした。

##### 【0049】

こうして、 $\theta$ の値が1～15（deg）、 $\alpha$ の値が0.2～2（deg）の範囲で分布しているGaN単結晶の表面を有するGaNテンプレートが得られた。

##### 【0050】

次に、こうして得られたGaNテンプレート上に、再度MOVPE法で、6μmのSiドープGaN層をホモエピタキシャル成長させ、表面のモフォロジがGaNテンプレートの表面に位置するGaN単結晶のC軸の傾きの方向、大きさ、ばらつきとどのような相関があるかを調査した。エピ層の成長条件は、GaNテンプレートのGaN成長条件と同一である。表面モフォロジの評価は、ノマルスキ顕微鏡と表面段差計（DEKTA K）を用いて行い、400倍の顕微鏡観察で、明らかなヒロックや凹凸が見られる場合、又は段差計で500μmの範囲をスキャンした時のRaが500Åを超えた場合を、荒れた表面であると判定した。

##### 【0051】

以上の実験の結果から得られたグラフが図4である。図4は、GaNテンプレートの表面に位置するGaN単結晶の結晶軸の傾きの大きさと、そのばらつきの大きさに対応して、GaNテンプレート上にエピタキシャル成長したGaN層の表面モフォロジがどう変化するかを調べた結果を示すグラフである。

##### 【0052】

これらのグラフから、平坦な表面を持つGaNエピタキシャル層を得るための下地基板の条件として、基板表面に位置するGaN単結晶は、基板面内の任意の点において $\theta > \alpha$ の関係が満たされている必要があり、且つ、 $\theta < 10$ （deg）、 $\alpha < 1$ （deg）が必要であることを見出した。

#### 【実施例 2】

##### 【0053】

φ2インチ径のサファイアC面基板上に、MOVPE法で、20nmの低温成長GaNバッファ層を介してSiドープGaN層を1.5μm成長させ、GaNテンプレートを作成した。サファイア基板は、C面をM軸方向に0.3（deg）オフさせたものを用いた。オ

アの加工精度は、 $\pm 0.05$  (deg) の精度とした。GaNの成長圧力は常圧、バッファ層成長時の基板温度は $600^{\circ}\text{C}$ 、エピ層成長時の基板温度は $1100^{\circ}\text{C}$ とした。原料は、III族原料としてTMGを、V族原料として $\text{NH}_3$ を、ドーパントとしてモノシランを用いた。キャリアガスは、水素と窒素の混合ガスである。結晶の成長速度は $4\text{ }\mu\text{m/h}$ であった。エピ層のキャリア濃度は、 $2 \times 10^{18}\text{ cm}^{-3}$ とした。

#### 【0054】

上記GaNテンプレートを、10枚作製し、すべてのGaNテンプレートに対して、面内でGaNテンプレート表面に位置するGaN単結晶（前記SiドーパGaN層）のC軸の傾きを測定した。測定は、資料を回転させて測定したX線回折ピークのピーク位置のシフト量と基板のオリエンテーションフラット（OF）との位置関係からC軸の傾きの大きさと方向を求めるやり方である。測定は、GaNテンプレートの中央を基点にOFに平行な方向及び垂直な方向で7mm間隔に、合計25点を測定し、25点で測定されたC軸の傾きのベクトル平均を求め、その平均角度を $\theta$  (deg)、 $\theta$ から最も大きくずれていた点での傾きの測定値と $\theta$ との差を $\alpha$  (deg) とした。

#### 【0055】

10枚のGaNテンプレートの表面に位置するGaN単結晶のC軸は、すべてサファイア基板のオフ方向を反映して、サファイア基板のM軸の方向に $0.3 \sim 0.5$  (deg) 傾いていた。また、 $\alpha$ の値は、10枚の基板の中の最大のものでも、 $0.15$  (deg) であった。これらのGaNテンプレートでは、C軸の傾きを表すベクトルを、基板表面の基準面に投影したベクトルの向きが、平均の傾きのベクトルを投影した方向から、C面内で最大何度ずれているかをあらかじめ調べておいた。

#### 【0056】

得られたGaNテンプレートの表面に位置するGaN単結晶の典型的なC軸の傾きの様子を模式的に表すと、図1及び図2のようになる。図1は、本発明のGaN基板のC軸の傾きの様子を、基板の断面図を用いて模式的に示したものであり、1はGaN基板、2はC軸の傾きを表す矢印である。図2は、同じ基板の表面に投影したC軸の傾き方向の分布を模式的に表したものである。3は、C軸の傾きの方向を表す矢印である。基板の表面に投影したC軸の傾き方向は、基板の反りを反映するようにややばらついていたものの、そのばらつきは $0.1$  (deg) 以下であり、ほとんど同一方向に傾いていると言っても良いくらいであった。

#### 【0057】

上記10枚のGaNテンプレート上に、再度MOVPE法で、 $6\text{ }\mu\text{m}$ のSiドーパGaN層をホモエピタキシャル成長させ、表面のモフォロジの様子を調査した。エピ層の成長条件は、GaNテンプレートのGaN成長条件と同一である。表面モフォロジの評価は、ノマルスキ顕微鏡と表面段差計（DEKTA）を用いて行った。400倍の顕微鏡観察では、いずれのエピ表面にも、明らかに異物付着が原因と思われるヒロックやピット以外に、いかなる凹凸も観察されなかった。また、段差計で $500\text{ }\mu\text{m}$ の範囲をスキャンした時のRaの値は、 $34 \sim 87\text{ }\text{\AA}$ の範囲であり、平坦なエピタキシャル成長表面が再現良く得られていることが確認できた。

#### 【実施例3】

#### 【0058】

M軸方向に $0.2 \pm 0.05$  (deg) のオフを有する市販の直径2インチの単結晶サファイアC面基板上に、MOVPE法で、TMGと $\text{NH}_3$ を原料として、アンドープGaN層を $300\text{ nm}$ 成長した。このGaNエピ基板の上に、金属Ti膜を $20\text{ nm}$ 蒸着し、これを電気炉に入れて、 $\text{NH}_3$ を20%混合した $\text{H}_2$ の気流中で、 $1050^{\circ}\text{C} \times 20\text{ min}$ の熱処理を施し、金属Ti膜を網目状のTiN膜に変化させると同時に、GaN層中に多数のボイドを形成した。これをHVPE炉に入れ、その上にGaNを $550\text{ }\mu\text{m}$ 堆積した。成長に用いた原料は $\text{NH}_3$ とGaClで、キャリアガスとして $\text{N}_2$ を用いた。成長条件は、常圧、基板温度 $1040^{\circ}\text{C}$ である。GaN層は成長終了後の降温過程においてボイド層を境にサファイア基板から自然に剥離し、GaNの自立基板が得られた。この方法により、同条件で

10枚のGaN自立基板を作製した。

【0059】

得られたGaN自立基板の表面は、いずれも鏡面になっていたが、目視でも視認できる程度の六角形をしたヒロックが発生していた。また、GaN自立基板の裏面は、曇りガラス状に荒れていて、一部に金属Gaの付着が見られた。そこで、GaN自立基板の表裏面にダイヤモンド砥粒を用いて、鏡面研磨加工を施した。その結果、GaN自立基板は無色透明となり、目視及び顕微鏡観察で表面に凹凸が観察されることも無くなった。研磨加工を施したGaN自立基板の表面の粗さを、表面段差計（DEKTA K）を用いて測定したところ、500 $\mu$ mのスキャン範囲において、すべてのGaN自立基板で表面全面にわたってRaの値が10nm未満になっていることを確認した。

上記の研磨加工を施した10枚のGaN自立基板に対して、面内でC軸の傾きを測定した。測定は、実施例2で述べた方法と同じやり方である。測定は、GaN自立基板の中央を基点にOFに平行な方向及び垂直な方向で7mm間隔に、合計25点を測定し、25点で測定されたC軸の傾きのベクトル平均を求め、その平均角度を $\theta$ （deg）、 $\theta$ から最も大きくずれていた点での傾きの測定値と $\theta$ との差を $\alpha$ （deg）とした。10枚のGaN自立基板のC軸は、すべてサファイア基板のオフ方向を反映して、0.3～1.1（deg）傾いていた。また、 $\alpha$ の値は、10枚のGaN自立基板の中の最大のもので、0.75（deg）であった。 $\theta > \alpha$ の条件は、各GaN自立基板10枚とも全て満たしていた。

【0060】

得られたGaN自立基板の典型的なC軸の傾きの様子を模式的に表すと、図1及び図3のようになる。図1は、本発明のGaN基板のC軸の傾きの様子を、基板の断面図を用いて模式的に示したものであり、1はGaN基板、2はC軸の傾きを表す矢印である。図3は、同じ基板の表面に投影したC軸の傾き方向の分布を模式的に表したものである。4は、C軸の傾きの方向を表す矢印である。実施例2で作製したGaNテンプレート（図2）に比べ、C軸の傾きの方向にややばらつきが見られるものの、最もばらつきの大きかった基板でも、基板の表面に投影したC軸の傾き方向のばらつきの範囲は $\pm 0.6$ （deg）であった。

【0061】

これら10枚のGaN自立基板上に、MOVPE法で、4 $\mu$ mのSiドープGaN層をホモエピタキシャル成長させ、表面のモフォロジの様子を調査した。エピ層の成長条件は、実施例1のGaN成長条件と同一である。表面モフォロジの評価は、ノマルスキ顕微鏡と表面段差計（DEKTA K）を用いて行った。400倍の顕微鏡観察では、いずれのエピ表面にも、明らかに異物付着が原因と思われるヒロックやピット以外に、いかなる凹凸も観察されなかった。また、段差計で500 $\mu$ mの範囲をスキャンした時のRaの値は、44～98Åの範囲であり、平坦なエピタキシャル成長表面が再現良く得られていることが確認できた。また、このエピ基板のX線回折測定を行ったところ、GaN（0002）面回折のFWHMは、いずれのエピ基板においても、面内のどこを測定しても100（arc sec）未満と、良好で均一な結晶性を有していることが確認できた。

【0062】

以上、実施例1～3に基づいて本発明を説明したが、これらは例示であり、それらの各プロセスの組合せ等にいろいろな変形例が可能なこと、またそうした変形例も本発明の範囲にあることは当業者に理解されるところである。たとえば、上記実施例において、GaN結晶成長にMBE法やLPE（液相成長）法、昇華法などを用いる変形例が容易に考えられる。上記実施例では、本発明の基板を作製する際の下地基板にサファイア基板を用いた例を挙げたが、GaAsやSi、ZrB<sub>2</sub>、ZnOなどの従来GaN系エピ用基板として報告例のある基板は、すべて適用が可能である。

【0063】

また、上記実施例3では自立したGaN基板の製造方法を例に挙げたが、自立したAlGaN基板に適用することもできる。

【図面の簡単な説明】

## 【0064】

【図1】本発明に係るGaN基板の結晶軸の傾きの様子を、基板の断面図を用いて模式的に示したものである

【図2】本発明に係るGaN基板の結晶軸の傾きの様子を、基板の上面図を用いて模式的に示したものである。

【図3】本発明の他の例に係るGaN基板の結晶軸の傾きの様子を、基板の上面図を用いて模式的に示したものである。

【図4】基板表面に位置するGaN単結晶の結晶軸の傾きの大きさと、そのばらつきの大きさに対応して、基板上にエピタキシャル成長したGaN層の表面モフォロジがどう変化するかを調べた結果を示すグラフである。

【図5】結晶方位のばらつきが無い、理想的な状態の基板の、結晶軸の傾きの様子を、基板の断面図を用いて模式的に示したものである。

【図6】オフを付けた理想的な状態のGaAs等の基板の結晶軸の傾きの様子を、基板の断面図を用いて模式的に示したものである。

【図7】オフを付けた理想的な状態のGaAs等の基板の結晶軸の傾きの様子を、基板の上面図を用いて模式的に示したものである。

【図8】従来例に係るGaN基板の結晶軸の傾きの様子を、基板の断面図を用いて模式的に示したものである。

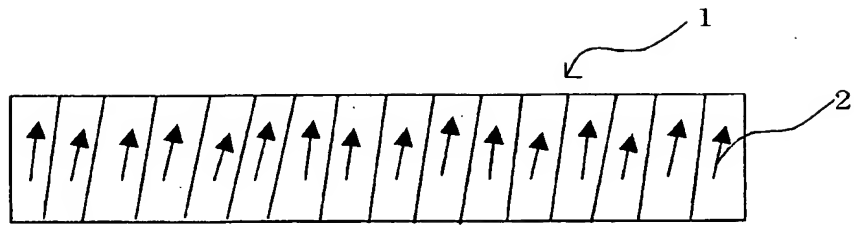
【図9】従来例に係るGaN基板の結晶軸の傾きの様子を、基板の上面図を用いて模式的に示したものである。

## 【符号の説明】

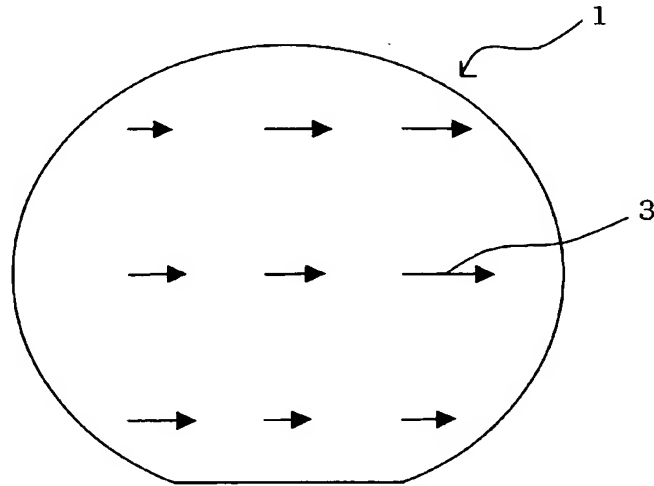
## 【0065】

- 1 GaN基板
- 2, 3, 4 矢印

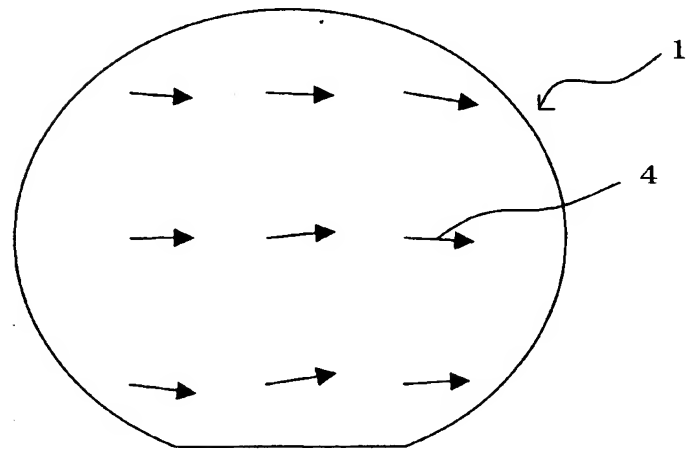
【書類名】 図面  
【図 1】



【図 2】

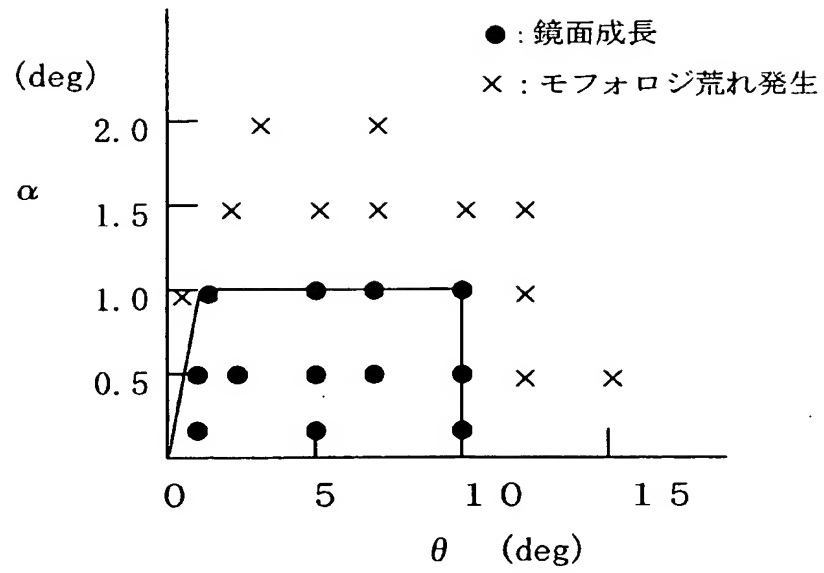


【図 3】

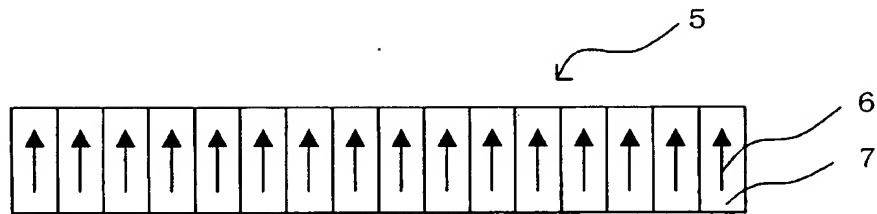




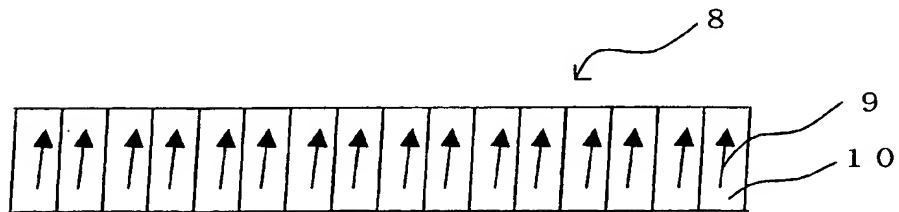
【図 4】



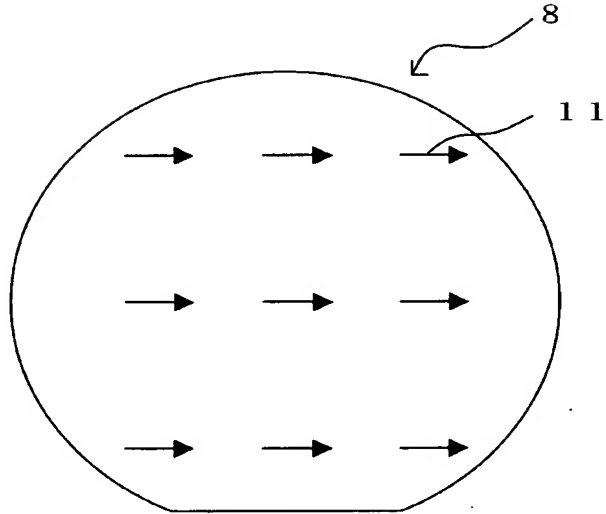
【図 5】



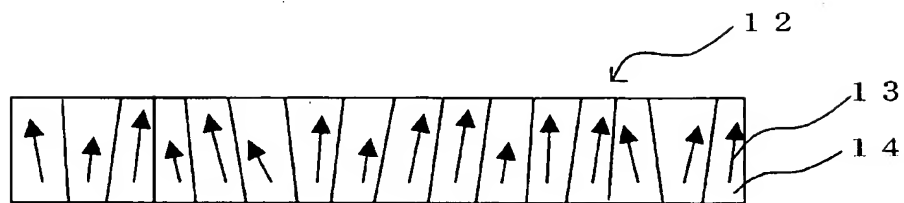
【図 6】



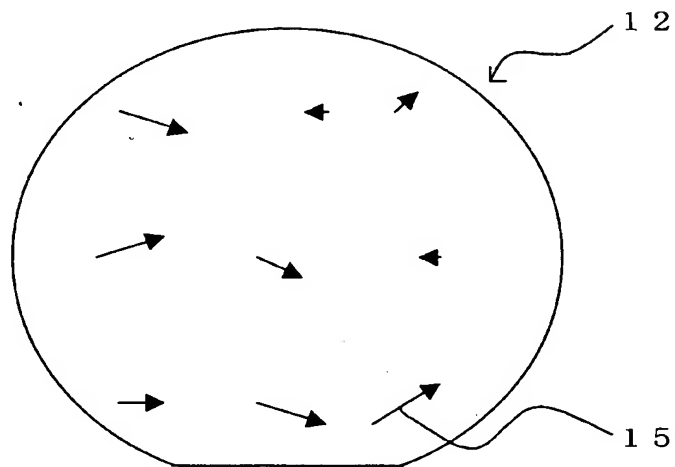
【図 7】



【図 8】



【図 9】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 基板上に窒化物系結晶層をエピタキシャル成長させた際に、デバイス作成上問題となるようなヒロックやテラスなどの表面荒れを抑えられる、十分に実用に足るエピタキシャル成長が可能なIII-V族窒化物系半導体基板を提供すること。

【解決手段】 III-V族窒化物系単結晶からなり、平坦な表面を有するIII-V族窒化物系半導体基板であって、基板面内の任意の複数点で測定した基板表面に最も近い低指数面と基板表面がなす角度の平均値  $\theta$  (deg) と、その  $\theta$  に対する前記測定した角度のばらつきの範囲  $\pm \alpha$  (deg) が、 $\theta > \alpha$  の関係を満たしている。

【選択図】 図1

特願 2 0 0 3 - 3 6 8 8 2 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 0 0 0 0 0 5 1 2 0 ]

1. 変更年月日 1 9 9 9 年 1 1 月 2 6 日

[変更理由] 住所変更

住 所 東京都千代田区大手町一丁目 6 番 1 号

氏 名 日立電線株式会社